



## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **09029020 A**(43) Date of publication of application: **04.02.97**

(51) Int. Cl. **B01D 39/00**  
**B01D 46/00**

(21) Application number: **08120058**(22) Date of filing: **15.05.96**(30) Priority: **18.05.95 JP 07119827**(71) Applicant: **TAISEI CORP**

(72) Inventor: **KOBAYASHI SADAOK  
 WAKAYAMA YOSHIHIDE  
 IMAFUKU MASAYUKI**

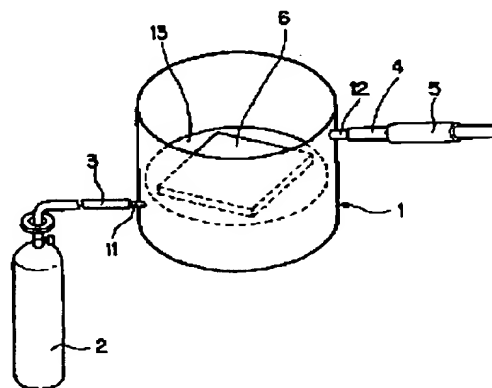
(54) **METHOD FOR USING AIR FILTER AND  
 METHOD FOR MANUFACTURING THE SAME**

## (57) Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To exclude organic matters in the air in a clean room.

**SOLUTION:** An organic matter removing process mentioned as under is applied to an air filter 6 provided in an air introduction passage of a clean room. The air filter 6 is put in a stainless autoclave 1 and a cap is put on, and air of high purity is introduced from a cylinder 2 and passed through the inside of the autoclave 1 while maintaining the temperature in the autoclave 1 at 100°C. The air filter 6 to which the above process is applied is provided in the air introduction passage of the clean room.

COPYRIGHT: (C)1997,JPO



(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平9-29020

(43) 公開日 平成9年(1997)2月4日

(51) Int.Cl. <sup>9</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
B 0 1 D 39/00			B 0 1 D 39/00	B
46/00		9441-4D	46/00	Z

審査請求 未請求 請求項の数 3 O L (全 10 頁)

(21) 出願番号 特願平8-120058

(22) 出願日 平成8年(1996)5月15日

(31) 優先権主張番号 特願平7-119827

(32) 優先日 平7(1995)5月18日

(33) 優先権主張国 日本 (J P)

(71) 出願人 000206211

大成建設株式会社

東京都新宿区西新宿一丁目25番1号

(72) 発明者 小林 貞雄

東京都新宿区西新宿一丁目25番1号 大成建設株式会社内

(72) 発明者 若山 恵英

東京都新宿区西新宿一丁目25番1号 大成建設株式会社内

(72) 発明者 今福 正幸

東京都新宿区西新宿一丁目25番1号 大成建設株式会社内

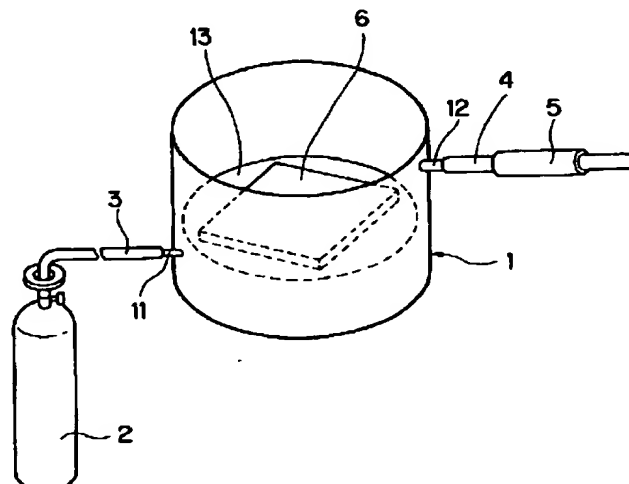
(74) 代理人 弁理士 森 哲也 (外2名)

(54) 【発明の名称】 エアフィルターの使用方法および製造方法

(57) 【要約】

【課題】 クリーンルーム内の空気中に有機物が存在しないようにする。

【解決手段】 クリーンルームの空気導入経路に配設されるエアフィルター6に対して、以下のような有機物除去処理を行う。すなわち、エアフィルター6をステンレス製のオートクレーブ1内に入れて蓋をし、オートクレーブ1の内部の温度を100℃に保持しながら、ポンプ2から高純度空気を導入してオートクレーブ1内を通過させる。このような処理がなされたエアフィルター6を、クリーンルームの空気導入経路に配設する。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 空気中の浮遊粒状物質を捕集する乾式エアフィルターに対して有機物を除去する処理を施した後に、当該エアフィルターをクリーンルームの空気導入経路に配設することを特徴とするエアフィルターの使用方法。

【請求項2】 前記有機物を除去する処理は、前記エアフィルターを、少なくとも内面が無機系材料からなる密閉容器内に入れ、当該エアフィルターの温度を所定範囲に保持した状態で、この容器内に清浄な気体を通過させる処理であることを特徴とする請求項1記載のエアフィルターの使用方法。

【請求項3】 クリーンルームで使用される空気中の浮遊粒状物質を捕集する乾式エアフィルターの製造方法において、仕上げ処理として、前記エアフィルターを、少なくとも内面が無機系材料からなる密閉容器内に入れ、当該エアフィルターの温度を所定値に保持した状態で、当該容器内に清浄な気体を通過させて、当該エアフィルターから有機物を除去する処理を行うことを特徴とするエアフィルターの製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、半導体、食品、医薬品、バイオテクノロジー関連の工場や研究所等で使用されているクリーンルームに使用されるエアフィルターの使用方法と製造方法とに関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】従来より、半導体、食品、医薬品、バイオテクノロジー関連の工場や研究所等において使用されているクリーンルームにおいては、空気中の浮遊粒状物質を捕集する乾式エアフィルターを空気導入経路に設置し、これを通過した空気を室内に導入している。

【0003】このようなクリーンルームにおいて、内装にシリコーンシーリング材を用いている場合には、これから揮発する低分子量のシロキサン類がクリーンルーム内の空気中に拡散するため、当該クリーンルーム内で製造する製品が汚染される可能性があることが指摘されている（藤本、福井；「クリーンルーム空気中の不純物の分析技術」空気清浄、Vol. 32, No. 3, P. 16～25（1994））。特に、半導体製造工場においてはクリーンルーム内の空気中にシロキサン類が存在すると製品の歩留りが低下するとされている。

【0004】そのため、本出願人等は、クリーンルームの内装を無機系材料で構築する方法について提案しており（特開昭62-86248号公報、実開昭62-56614号公報、実開昭62-124102号公報等参照）、例えば壁材は無機系の不燃材料で形成された嵌め込み式のパーティションとし、シリコーンシーリング材を使用しないようにしている。

## 【0005】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、このようにクリーンルームの内装を工夫しても、クリーンルーム内の空気中には低分子量のシロキサン類を含む各種の有機系ガスが存在しており、これをなくするための効果的な対策は施されていなかった。

【0006】本発明は、このような従来技術の問題点を解決するためになされたものであり、クリーンルーム内の空気中に低分子量のシロキサン類等の有機物を存在させないようにすることを目的とする。

## 10 【0007】

【課題を解決するための手段】上記目的を達成するために、鋭意検討を重ねた結果、クリーンルーム内の空気中に低分子量のシロキサン類が存在する原因は、空気導入経路に設置されるエアフィルターにあることを見い出して、本発明を完成させた。

【0008】すなわち、クリーンルームに使用されているエアフィルターは清浄なものであるという先入観のためか、今までは、エアフィルターの構成材料から有機物が発生する可能性についての検討がなされていなかった。

20 【0009】これに対して、本発明者等は、このようなエアフィルターをオートクレーブに入れてその中に高純度の空気を導入し、オートクレーブから出てきた空気を活性炭に通過させ、活性炭に吸着された物質を溶剤に溶出した試料をガスクロマトグラフ（GC）装置で分析したところ、予想に反して大量の有機物が検出された。また、この試料をガスクロマト／マススペクトル（GC／MS）装置で分析したところ、この試料には、低分子量のシロキサン類、炭化水素類、芳香族カルボン酸エステル類、リン酸エステル類、フェノール類等が含まれていることが分かった。

30 【0010】そこで、請求項1に係る発明は、空気中の浮遊粒状物質を捕集する乾式エアフィルターに対して有機物を除去する処理を施した後に、当該エアフィルターをクリーンルームの空気導入経路に配設することを特徴とするエアフィルターの使用方法を提供する。

40 【0011】また、請求項2に係る発明は、請求項1記載のエアフィルターの使用方法において、前記有機物を除去する処理が、前記エアフィルターを、少なくとも内面が無機系材料からなる密閉容器内に入れ、当該エアフィルターの温度を所定範囲に保持した状態で、この容器内に清浄な気体を通過させる処理であることを特徴とするものである。

50 【0012】また、請求項3に係る発明は、クリーンルームで使用される空気中の浮遊粒状物質を捕集する乾式エアフィルターの製造方法において、仕上げ処理として、前記エアフィルターを、少なくとも内面が無機系材料からなる密閉容器内に入れ、当該エアフィルターの温度を所定値に保持した状態で、当該容器内に清浄な気体を通過させて、当該エアフィルターから有機物を除去す

る処理を行うことを特徴とするエアフィルターの製造方法を提供する。

【0013】前記温度は、エアフィルターの種類やクリーンルーム内に存在させたくない有機系ガスの種類に応じて設定されるが、好ましくは70℃以上180℃以下であり、より好ましくは90℃以上140℃以下である。そして、前記容器内に入っているエアフィルターの温度を所定範囲に保持するためには、当該容器自体を加熱して内部の空気を上昇させてもよいし、当該容器内を通過させる気体の温度を前記所定範囲に応じた範囲に制御してもよい。

【0014】容器内を通過させる清浄な気体としては、有機物を含まない空気や窒素であって高純度（純度98%以上）のものが挙げられ、不純物として二酸化炭素や水蒸気が含まれるものは使用することができる。このような気体は、高純度の空気または窒素の入ったボンベから前記容器に清浄な配管を介して導入してもよいし、室内の空気を予め清浄化処理されたフィルターを通して導入してもよい。後者の場合には、使用するフィルターの清浄化処理を高純度空気（または窒素）を用いて行う必要がある。

【0015】また、前記気体の通過速度は特に限定されないが、処理されるエアフィルター一台当たり5～20l/minであることが好ましい。請求項1のエアフィルターの使用方法によれば、有機物の除去処理が施されたエアフィルターを通った空気が、空気導入経路からクリーンルーム内に導入されるため、クリーンルーム内の有機系ガス濃度が低減される。

【0016】また、請求項2のエアフィルターの使用方法によれば、前記請求項1の作用に加えて、当該エアフィルターの構成部材に含まれている有機物が揮発しやすく、揮発してガス状となった有機物が容器内を通過する清浄な気体に同伴されて容器外に効率的に除去される。

【0017】また、請求項3のエアフィルターの製造方法によれば、エアフィルターの構成部材に含まれている有機物が揮発しやすく、揮発してガス状となった有機物が容器内を通過する清浄な気体に同伴されて容器外に効率的に除去されるため、得られるエアフィルターは有機物の汚染源となり難い。

【0018】

【発明の実施の形態】以下、本発明の実施形態を具体的な実施例により詳細に説明する。図1は、この実施例で使用したエアフィルターから有機物を除去するための処理装置を示す概要図である。

【0019】この装置は、ステンレス製のオートクレーブ（密閉容器）1と、高純度（99.99%以上）の空気が詰められたボンベ2とを有し、図1はオートクレーブ1の蓋を開けた状態を示している。

【0020】このオートクレーブ1の円筒状の周壁の下部にはガス導入口11が設けてあり、ガス導入口11の

反対側の周壁上部にはガス導出口12が設けてある。そして、オートクレーブ1のガス導入口11とボンベ2とは清浄な配管3で接続されており、ガス導出口12に接続された配管4には、活性炭が40g充填してある活性炭チューブ5が接続されている。

【0021】この活性炭チューブ5は、オートクレーブ1内で発生してガス導出口12から排出された気体中の有機物を捕集するためのものであり、予め高純度（99.9999%以上）の窒素を通して250℃で2時間加熱する処理がなされ、GC/MS装置で内部の活性炭に有機物の吸着がないことが確認されたものを使用している。

【0022】オートクレーブ1内にはステンレス製の網状の底板13があり、この底板13は、処理されるエアフィルター6の大きさに応じて、その空気通過面をほぼ水平に置くことのできる大きさになっている。前記ガス導入口11はこの底板より下側にあり、導入されたガスはこの底板13を通して下側からエアフィルター6を通過するようになっている。また、オートクレーブ1の周壁内には、特に図示はしないが、従来より公知であるコイル状の電熱線などからなるヒータが配設されており、このヒータによりオートクレーブ1内部が加熱されるようになっている。

<同一条件による各種フィルターの処理：No. 1～9> 上記装置を用いて、従来よりクリーンルームの空気導入経路に配設されている乾式エアフィルターとして、ULPAフィルター（Ultra Low Penetration Air Filter）、HEPAフィルター（High Efficiency Particle Air Filter）、プレフィルター、および海塩粒子除去用フィルターを用い、これらのフィルターから有機物を除去する処理を行った。

【0023】すなわち、オートクレーブ1内の底板13の上に、エアフィルター6を一枚水平に置いて蓋をして密閉した後、ヒーターの加熱により、オートクレーブ1内の温度を100℃に保持しながら、流速10（l/min）でボンベ2からの高純度空気をオートクレーブ1内に導入することを8時間続けた。なお、前記温度は、エアフィルター6が置かれる直ぐ上の位置に配置された図示されない熱電対によって測定する。

【0024】その後、この処理によるフィルターからの有機物除去状態を調べるために、処理中に活性炭チューブ5内の活性炭が捕集した有機物の量をGC装置により、その種類をGC/MS装置により分析した。分析試料としては、前記処理後の活性炭チューブ5内の活性炭を50mlの二硫化炭素が入った栓付きフラスコに入れて2時間以上放置することにより、活性炭が吸着した有機物を二硫化炭素中に溶出させた液体を用いた。

【0025】そして、有機物捕集量については、（株）日立製作所製のGC装置「G-5000（FID）」に

より、ポリシロキサンがコートされた内径0.52mm長さ30mmのガラスキャピラリーカラムを用い、トルエンを基準物質にして定量分析を行うことによって測定した。すなわち、予めトルエンの検量線を作成して、トルエン換算で有機物の合計重量を測定した。

【0026】また、捕集された有機物の種類については、(株)日立製作所製のGC/MS装置「M-2000」により、前記と同じカラムを用い、各ピーク成分の定性分析を行うことによって同定した。

【0027】一方、前記処理後に、ヒーターの加熱を止めて内部の温度を常温に戻してからオートクレープ1の蓋を開け、処理後のフィルターの状態を点検した。特に、高温で処理した場合には、シール材の変質等により濾材が外枠から剥がれていないかどうかをよく調べる。そして、このような不具合が生じていた場合には処理後のフィルター外観を「×」、そうでない場合には「○」と評価した。

【0028】さらに、前記処理の評価のために、この処理がなされた後のフィルターを前記と同様のオートクレープ1内に入れて、オートクレープ1内のフィルター設置位置付近の温度を100℃に保持しながら、流速10(1/min)でポンベ2からの高純度空気をオートクレープ1内に導入することを5時間続け(通過通気的全流量3.0m<sup>3</sup>)、前記と同様に有機物捕集量と捕集された有機物の種類とを分析した。これにより、前記有機物除去処理によってもフィルター内に残存している有機物の量とその種類が分かる。

【0029】なお、有機物除去処理に一度使用したオー \*

\* トクレーブを再び使用する際には、前回の処理で発生した有機物がオートクレープ1や配管4内に残っていないようにする必要がある。そのために、オートクレープ1内から処理されたフィルターを取り出した後に、オートクレープ1の内面を先ず清浄な布で拭き取り、次にエタノールをしみ込ませた布で拭き、さらに乾燥した清浄な布で拭き取る。また、オートクレープ1の空気導出口12に接続されている配管4は取り外して、内部をエタノールで洗浄後、清浄な空気を吹き込んで乾燥させる。また、活性炭チューブ5は一回の処理毎に新しいものに取り替えて使用する。

【0030】さらに、洗浄後のオートクレープ1および配管4を用い、活性炭チューブ5を接続しないで装置を組み立て、フィルターを入れない状態で、オートクレープ1内部の温度を120℃に保持しながらポンベ2から高純度空気を供給することを5時間以上続ける。その後、配管4に活性炭チューブ5を接続して前記と同様に高純度空気をオートクレープ1内に導入することを4時間続け、オートクレープ1内を通過した気体を活性炭チューブ5に導入する。その後、この活性炭チューブ5内の活性炭が吸着した有機物を前記と同様に分析し、この活性炭が有機物を吸着していないことが確認されたら、この装置を次の処理に使用する。

【0031】各サンプル毎のフィルターの種類、処理条件、有機物の除去状態および残存状態、処理後のフィルター外観の結果を下記の表1および2に示す。

【0032】

【表1】

		No.1	No.2	No.3	No.4	No.5
フィルターの種類		ULPA-1	ULPA-1	ULPA-2	HEPA-1	HEPA-2
処理条件	温度(℃)	未処理	100	100	100	100
	時間(Hr)		8	8	8	8
	全流量(m <sup>3</sup> )		4.8	4.8	4.8	4.8
有機物の除去状態	有機物捕集量(mg)	—	323	520	335	596
	捕集された有機物の種類	—	シロキサン類(D4~D11) 脂肪族炭化水素(テカノ ~ ヘタデカノ) エステル類(DOP) リン酸エステル	シロキサン類(D4~D11) 脂肪族炭化水素(テカノ ~ ヘタデカノ) 芳香族炭化水素(トルエン, キロリン) フェノール類	シロキサン類(D4~D11) 脂肪族炭化水素(テカノ ~ ヘタデカノ) エステル類(DOP) リン酸エステル	シロキサン類(D4~D11) 脂肪族炭化水素(テカノ ~ ヘタデカノ) 芳香族炭化水素(トルエン, キロリン) フェノール類
フィルター外観		—	○	○	○	○
有機物の残存状態	有機物残存量(mg)	267	65	86	84	119
	残存している有機物の種類	シロキサン類(D4~D11) 脂肪族炭化水素(テカノ ~ ヘタデカノ) エステル類(DOP) リン酸エステル	シロキサン類(D9~D11) 脂肪族炭化水素(テトラデカノ ~ ヘタデカノ)	脂肪族炭化水素(テトラデカノ ~ ヘタデカノ) シロキサン類(D9~D11) フェノール類	シロキサン類(D9~D11)	脂肪族炭化水素(テトラデカノ ~ ヘタデカノ) シロキサン類(D9~D11)

【0033】

【表2】

		No.6	No.7	No.8
フィルターの種類		プレフィルター	海塩除去用	ULPA-1
処理条件	温度 (°C)	100	100	100
	時間 (hr)	8	8	8
	全流量 (m³)	4.8	4.8	4.8※
有機物の除去状態	有機物捕集量 (mg)	20.4	3360	367
	捕集された有機物の種類	シロキサン類 (D4~D11) 脂肪族炭化水素 (デカン ~ ヘキサデカン)	シロキサン類 (D4~D11) 脂肪族炭化水素 (デカン ~ ヘキサデカン) 芳香族炭化水素 (トルエン, キシレン) フェノール類	シロキサン類 (D4~D11) 脂肪族炭化水素 (デカン ~ ヘキサデカン) エステル類 (DOP) リン酸エステル
フィルター外観		○	○	× (汚れ発生)
有機物の残存状態	有機物残存量 (mg)	4.1	48	—
	残存している有機物の種類	シロキサン類 (D9~D11)	脂肪族炭化水素 (テトラデカン ~ ヘキサデカン) シロキサン類 (D9~D11) 芳香族炭化水素 (トルエン, キシレン)	—

※: 実験室内の空気を使用

【0034】表1および2におけるサンプルNo. 2~7は、各種のフィルターについて前述の有機物除去処理を行ったものであるが、サンプルNo. 1は、前述の有機物除去処理がなされていないULPA-1であり、他と比べて有機物残存量が著しく高く、低分子量のシロキサン類、炭化水素類、芳香族カルボン酸エステル類、リン酸エステル類が含まれていた。

【0035】また、サンプルNo. 8は、ポンベ2を外して、実験室内の送風機の空気吹き出し口とオートクレーブ1の空気導入口11とを接続し、オートクレーブ1内に実験室内の空気を導入して前記処理を行った例である。この場合には、前記処理後のフィルターに塵埃が付着していたため、クリーンルームへの使用は不適切であると判断し、評価のための処理は行わなかった。

【0036】表1および2の「捕集された有機物の種類」の項に示すように、フィルターの種類によって含まれている有機物の種類および含有量が異なり、ここで使用した全てのフィルターに共通して、下記の(1)式で表される $n=4\sim 11$ の環状ジメチルポリシロキサン(D4~D11)と、炭素数10~16の脂肪族炭化水素(デカンからヘキサデカンまで)が含まれていた。

【0037】

—[(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>SiO]<sub>n</sub>— …… (1)

HEPA-1、ULPA-1、およびファンフィルターには、この他に、ジオクチルフタレート(DOP)、リン酸エステル等が含まれていた。また、HEPA-2、ULPA-2、および海塩除去用フィルターには、この他に、トルエン、キシレンなどの芳香族炭化水素と、フ

\* エノール類等が含まれていた。

【0038】そして、各サンプルとも、前述の有機物除去処理によって、環状ジメチルポリシロキサンのうち $n=4\sim 8$ のもの(D4~D8)は、ほとんどが除去されるが、 $n=9$ 以上のもの(D9~D11)は除去されていなかった。D8(ヘキサデカメチルシクロオクタシロキサン)の分子量は592であり、これより分子量の低いものは前記処理によってほとんどが除去されたと考えられる。

【0039】ここで、環状ジメチルポリシロキサンは半導体製造雰囲気中存在すると不具合のある物質として前述の文献等で指摘されているものである。また、分子量が600を超える環状ジメチルポリシロキサンは蒸気圧が高いため揮発し難く、常温(20℃前後)に保持されているクリーンルーム内の空気中に含まれている可能性も低いため、フィルターからは分子量が600以下の有機物が除去されていればよい。

【0040】したがって、前記処理によれば、フィルターから $n$ が8以下の環状ジメチルポリシロキサンのほとんどが除去されるため、前記処理後のフィルターをクリーンルームの空気導入経路に設置すれば、当該クリーンルーム内を、半導体製造上問題となる有機物を含まない雰囲気とすることができる。

【0041】また、脂肪族炭化水素については、各サンプルとも、炭素数10~13のデカンからトリデカンまでは除去されたが、炭素数14以上のテトラデカンからヘキサデカンまでは除去されなかった。ここで、通常の使用温度において、クリーンルーム内には炭素数13の

トリデカン（分子量184）より炭素数の多い脂肪族炭化水素は存在し難いため、脂肪族炭化水素については、前記処理により除去すべきものはほとんどが除去される。したがって、前記処理後のフィルターをクリーンルームの空気導入経路に設置すれば、当該クリーンルーム内を、脂肪族炭化水素を含まない雰囲気とすることができ。

【0042】また、芳香族炭化水素については、No. 3および5では除去されたが、No. 7では処理前のフィルターに含まれている有機物の約90%がトルエンとキシレンであり、そのほとんどは除去されたがわずかに検出された。

【0043】また、フェノール類およびエステル類は前記処理でほとんどが除去された。さらに、処理前後のフ \*

\* フィルターに含まれている有機物の量を比較すると、前記処理によって大量の有機物が除去されていることが分かる。

<処理条件による有機物除去状態の調査：No. 9～17> 前述の有機物除去処理を、各サンプル毎に処理温度と処理時間を変化させて行った。また、前記処理後のフィルターに対して前述の評価のための処理を、No. 2～7と同じ条件で行った。

【0044】各サンプル毎のフィルターの種類、処理条件、有機物の除去状態および残存状態、処理後のフィルター外観の結果を下記の表3および4に示す。

【0045】

【表3】

		No.9	No.10	No.11	No.12	No.13
フィルターの種類		ULPA-1	ULPA-1	ULPA-1	ULPA-1	ULPA-1
処理条件	温度(℃)	23	70	130	160	190
	時間(Hr)	12	12	6	5	4
	全流量(m³)	7.2	7.2	3.6	3.0	2.4
有機物の除去状態	有機物捕集量(mg)	8	274	295	308	332
	捕集された有機物の種類	シロキサン類(D4~D8) 脂肪族炭化水素(ヘキサン～トリデカン)	シロキサン類(D4~D11, D8:8mg) 脂肪族炭化水素(ヘキサン～ヘプタデカン) エステル類(DOP:2.5mg) リン酸エステル	シロキサン類(D4~D11) 脂肪族炭化水素(ヘキサン～ヘプタデカン) エステル類(DOP) リン酸エステル	シロキサン類(D4~D11) 脂肪族炭化水素(ヘキサン～ヘプタデカン) エステル類(DOP) リン酸エステル	シロキサン類(D4~D11) 脂肪族炭化水素(ヘキサン～ヘプタデカン) エステル類(DOP) リン酸エステル
フィルター外観		○	○	○	○	×
有機物の残存状態	有機物残存量(mg)	275	84	65	51	38
	残存している有機物の種類	シロキサン類(D4~D11) 脂肪族炭化水素(ヘキサン～ヘプタデカン)	シロキサン類(D9~D11, D8:2mg) 脂肪族炭化水素(トリデカン～ヘプタデカン) エステル類(DOP:0.8mg)	シロキサン類(D9~D11) 脂肪族炭化水素(トリデカン～ヘプタデカン)	シロキサン類(D9~D11) 脂肪族炭化水素(トリデカン～ヘプタデカン)	シロキサン類(D9~D11) 脂肪族炭化水素(トリデカン～ヘプタデカン)

【0046】

【表4】

		No.14	No.15	No.16	No.17
フィルターの種類		ULPA-2	ULPA-2	ULPA-2	ULPA-2
処理条件	温度 (°C)	50	70	130	160
	時間 (hr)	12	12	6	5
	全流量 (m³)	7.2	7.2	3.6	3.0
有機物の除去状態	有機物捕集量 (mg)	27	393	472	506
	捕集された有機物の種類	シロキサン類 (D4~D8) 脂肪族炭化水素 (デカン ~ トリデカン) 芳香族炭化水素 (トルエン, キロリン) フェノール類	シロキサン類 (D4~D11) 脂肪族炭化水素 (デカン ~ ヘキサデカン) 芳香族炭化水素 (トルエン, キロリン) フェノール類	シロキサン類 (D4~D11) 脂肪族炭化水素 (デカン ~ ヘキサデカン) 芳香族炭化水素 (トルエン, キロリン) フェノール類	シロキサン類 (D4~D11) 脂肪族炭化水素 (デカン ~ ヘキサデカン) 芳香族炭化水素 (トルエン, キロリン) フェノール類
フィルター外観		○	○	○	○
有機物の残存状態	有機物残存量 (mg)	415	90	70	57
	残存している有機物の種類	シロキサン類 (D4~D11) 脂肪族炭化水素 (デカン ~ ヘキサデカン) 芳香族炭化水素 (トルエン, キロリン) フェノール類	シロキサン類 (D9~D11) 脂肪族炭化水素 (トリデカン ~ ヘキサデカン) フェノール類	シロキサン類 (D9~D11) 脂肪族炭化水素 (ヘキサデカン ~ ヘキサデカン) フェノール類	シロキサン類 (D9~D11) 脂肪族炭化水素 (ヘキサデカン ~ ヘキサデカン)

【0047】表3はULPA-1についてまとめているが、No. 9は処理温度が23℃と常温であるため、12時間処理を行ってもD4~D8およびデカン~トリデカンの脂肪族炭化水素が除去されない。また、No. 110は処理温度が70℃であるため、No. 9よりは有機物の除去度合いが高いが、D8およびDOPが残存している。

【0048】No. 11~13は処理温度が130~190℃と高いため、No. 2と比較して高純度空気的全流量が低くても同等以上の有機物除去効果がある。しかし、No. 13については、処理後のフィルターを点検すると、アルミニウム枠と濾布とを接着している接着剤が変質しており、190℃では処理温度が高すぎたことが分かった。

【0049】表4はULPA-2についてまとめているが、No. 14は処理温度が50℃と低いため、除去すべき成分であるD4~D8および脂肪族炭化水素のデカン~トリデカンも、芳香族炭化水素も除去されていない。また、No. 15は処理温度が70℃と比較的低いため、除去すべき成分のうち脂肪族炭化水素のトリデカンが残存していた。No. 16および17は、処理温度が130℃、160℃と高いため、トリデカンもD4~D8も除去されていた。また、ULPA-2に含まれているフェノール類は130℃以下での処理では除去されず、160℃での処理によって除去されることが分かった。＜処理されたフィルターを設置したクリーンルームの評価試験：No. 18~26＞クリーンルームの壁と床を無機材料または有機材料で構成し、大気採取口に設置される四

\* 種類のフィルターと、クリーンエアの吹き出し口に設置されるフィルターとして、前記表1に示す条件で有機物除去処理がなされたフィルター（処理済フィルター）または前記処理がなされていないフィルター（未処理フィルター）を使用して、室温23℃湿度40%とし、吹き出し口からの空気吹き出し流速が0.5m/sとなるようにファンを稼働して、24時間経過後の当該クリーンルーム内の空気中に含まれている有機物を分析した。

【0050】このクリーンルーム内の空気中に含まれている有機物の分析方法としては、クリーンルーム内の吹き出し口から離れた位置の床から1.5mの高さの所の空気を約10リットル、テナックス捕集管に採取し、このテナックス捕集管を前述のGC/MS装置の付属装置であるTCT (Thermal Desorption Cold Trap Injector) に装着して、ここから有機物を脱着させ濃縮処理をした後にGC/MS装置に導入して、有機物含有量と含有している有機物の種類を分析する方法を採った。

【0051】クリーンルームを構成する無機材料からなる壁としては、無機系の不燃材料からなる嵌め込み式のパネル（無機パーティション）を用い、これを有機系シーリング材を使用しないで組み立てた。また、無機材料からなる床としては、床表面にステンレス板を貼り付けたものを用いた。さらに、大気採取口とクリーンエア吹き出し口とを接続するダクトとしては、内面がアルミ被覆されたものを使用した。

【0052】また、これらは実質的に有機物が発生しない材料からなることを、以下の方法で確認した。すなわ



ち、数mm角に切断した材料をバイアル瓶に入れて密封し、これを150℃に加熱したときに発生したガスをGC/MS装置に注入して分析する。そして、得られるトータルイオンクロマトグラムおよび質量分析のデータから、発生した有機物を定量し、それぞれのピークの化合物名を定性分析して確認する。その結果、試料1g当たり発生する有機物量がトルエン換算で10μg以下であれば、実質的に有機物が発生しない材料であるとされる。

【0053】この方法により、前記無機パーティションを分析した結果、試料1g当たりトルエン換算で0.1μgであった。したがって、前記無機パーティションからなる壁とステンレス表面床とで構成されるクリーンル \*

\* ムでは、内部の空気中に有機物が含まれていた場合には、その有機物は、大気採取口と吹き出し口とに設置されたフィルターに起因して発生したものと判断できる。

【0054】なお、No. 18～21では、吹き出し口にULPA-1を組み込んだファンフィルターが設置しており、No. 22～26では、ファンフィルタを用いずに、循環ファンにULPA-2を組み込んである。

【0055】各サンプルのクリーンルームにおけるフィルター構成、内装材料構成、および有機物の分析結果を、表5および6に示す。

【0056】

【表5】

			No18	No19	No20	No21
フィルター構成	大気採取口	プレフィルター	処理済	未処理	未処理	処理済
		中性能フィルター	処理済	未処理	未処理	処理済
		HEPA-1	処理済	処理済	未処理	処理済
		ULPA-1	処理済	処理済	未処理	処理済
	吹き出し口 組み込みフィルター		ULPA-1 (処理済)	ULPA-1 (処理済)	ULPA-1 (未処理)	ULPA-1 (処理済)
内装材	壁		無機パーティション	無機パーティション	無機パーティション	有機材料
	床		表面SUS	表面SUS	表面SUS	表面有機材
分析結果	有機物含有濃度 (ng/m <sup>3</sup> )		263	437	25,800	823,000
	含有している 有機物の種類		テトラデカン	トルエン キシレン デカン～ テトラデカン	シロキサン類 (D3～D8) デカン～ ヘキサデカン トルエン キシレン	DOP, DBP シロキサン類 (D3～D8) デカン～ ヘキサデカン トルエン キシレン

【0057】

【表6】

			No22	No23	No24	No25	No26
フィルター構成	大気採取口	プレフィルター	処理済	未処理	未処理	未処理	処理済
		中性能フィルター	処理済	未処理	未処理	未処理	処理済
		HEPA-2	処理済	処理済	未処理	未処理	処理済
		ULPA-2	処理済	処理済	処理済	未処理	処理済
	吹き出し口組み込みフィルター		ULPA-2 (処理済)	ULPA-2 (処理済)	ULPA-2 (処理済)	ULPA-2 (未処理)	ULPA-2 (処理済)
内装材	壁		無機パーティション	無機パーティション	無機パーティション	無機パーティション	有機材料
	床		表面SUS	表面SUS	表面SUS	表面SUS	表面有機材
分析結果	有機物含有濃度 (ng/m <sup>3</sup> )		365	625	813	43,900	952,000
	含有している有機物の種類		テトラデカン	トルエン キシレン デカン ヘキサデカン	トルエン キシレン デカン ヘキサデカン	シロキサン類 (D4~D8) デカン ヘキサデカン トルエン キシレン フェノール類	DOP, DBP シロキサン類 (D4~D8) デカン ヘキサデカン トルエン キシレン フェノール類

【0058】表5から分かるように、No. 18では、すべてのフィルターに、効果的な有機物除去処理を施したものを使用しているため、クリーンルーム内の空気中に含有している有機物量は $263 \text{ ng/m}^3$ と低い値になった。これは、すべてのフィルターが前記処理をしていないものである以外はNo. 19と同じであるNo. 21の場合の値 $25800 \text{ ng/m}^3$ と比較して $1/100$ と著しく低い値であり、フィルターを前記処理を行ってから使用することによって、クリーンルーム内の空気中の有機物濃度が著しく低減されることが分かる。また、このクリーンルーム内の空気中からは、半導体製造雰囲気中に存在すると不具合のある物質である環状ジメチルポリシロキサンは検出されなかった。

【0059】また、No. 21は、フィルター構成はNo. 18と同じであるが、クリーンルームの壁と床が有機材料であるため、クリーンルーム内の空気中に含有している有機物量は $823000 \text{ ng/m}^3$ と異常に高いとともに、これらの材料、特に樹脂建材の可塑剤に起因するジオクチルフタレート (DOP) とジブチルフタレート (DBP) が検出された。

【0060】また、No. 19は、プレフィルターと中性能フィルターが未処理のものであるため、No. 18と比較して有機物含有量が2倍程度に増加したが、No. 20との比較では桁違いに有機物含有量が低かった。したがって、全てのフィルターに対して前述の有機物除去処理がなされていなくてもよく、特に、ULPAフィルターやHEPAフィルター等の高性能フィルターに前記処理がなされていることが効果的であると言える。

【0061】一方、表6に示すNo. 22~26は、クリーンルーム内の空気を循環ファンにより循環する場合の例であり、No. 22はすべてのフィルターを有機物除去

\* 処理されたものとしているため、当該クリーンルーム内の空気中の有機物濃度が最も低く、No. 23はおよびNo. 24は一部が未処理であるが高性能フィルターは前記処理がなされているため前記有機物濃度は比較的低いものとなった。これに対してNo. 25および26は、表5のNo. 20および21と同様に、有機物濃度が高いものとなった。

【0062】なお、この実施例で使用した有機物除去処理用の装置では、オートクレーブ1内に導入された高純度空気が、エアフィルター6の空気通過面を下側から上側に向けて通過するようになっているが、導入された空気の流路はこのようにエアフィルター6を必ず通るものでなくてもよい。しかしながら、導入された空気の流路がこのようにエアフィルター6を通るようになっていると、揮発した有機物が導入された空気に同伴して最も効率良くオートクレーブ1外に除去されるため好ましい。

#### 【0063】

【発明の効果】以上説明したように、請求項1および2のエアフィルターの使用方法によれば、クリーンルーム内の有機系ガス濃度が低減されるため、クリーンルーム内における有機物汚染を低減することができる。

【0064】特に、請求項2の方法によれば、有機物の除去効率が高いため、有機物除去処理にかかる時間を短縮することができる。また、請求項3のエアフィルターの製造方法によれば、有機物の汚染源となり難いエアフィルターが得られるため、得られたエアフィルターをクリーンルームに使用すれば、クリーンルーム内における有機物汚染を低減することができる。

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】エアフィルターの有機物除去処理のために実施例で使用した装置を示す概略図である。

17

18

## 【符号の説明】

1 オートクレーブ（密閉容器）

\* 2 ポンベ（清浄な気体）

\* 6 エアフィルター

【図 1】

